

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 05-017227

(43)Date of publication of application : 26.01.1993

(51)Int.Cl.

C04B 35/56

B01J 27/224

B01J 35/06

C01B 31/36

C01B 33/18

(21)Application number : 03-188191

(71)Applicant : AGENCY OF IND SCIENCE & TECHNOL

(22)Date of filing : 02.07.1991

(72)Inventor : OKUYA TAKESHI
NAKADA YOSHINORI

(54) SILICON CARBIDE/METALLIC SILICON COMPOSITE BODY AND ITS PRODUCTION

(57)Abstract:

PURPOSE: To develop a silicon carbide composite body being excellent in heat resistance, hot impact resistance and oxidization resistance.

CONSTITUTION: This composite body is silicon carbide/metallic silicon composite body having a structure in which silicon carbide covered with metallic silicon on the surface is connected to one body with the above metallic silicon. This producing method is that a paste-like mixture consisting of silicon carbide, metallic silicon and org. solvent is formed to a specified shape and org. solvent is removed and solid state formed body is formed, and, after the above formed body is heated to a temp. hot lower than the melting point of the above metallic silicon and not higher than the melting point of silicon carbide, then it is cooled.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平5-17227

(43) 公開日 平成5年(1993)1月26日

(51) Int. Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C04B 35/56	101	S 7310-4G		
B01J 27/224		M 6750-4G		
35/06		J 8516-4G		
C01B 31/36		A 7003-4G		
33/18		B 6971-4G		

審査請求 有 請求項の数7 (全7頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願平3-188191	(71) 出願人	000001144 工業技術院長 東京都千代田区霞が関1丁目3番1号
(22) 出願日	平成3年(1991)7月2日	(72) 発明者	奥谷 猛 北海道札幌市豊平区月寒東2条17丁目2番 1号 工業技術院北海道工業開発試験所内
		(72) 発明者	中田 善徳 北海道札幌市豊平区月寒東2条17丁目2番 1号 工業技術院北海道工業開発試験所内
		(74) 復代理人	弁理士 池浦 敏明 (外1名)

(54) 【発明の名称】 炭化珪素／金属珪素複合体及びその製造方法

(57) 【要約】

【目的】 耐熱性、耐熱衝撃性及び耐酸化性にすぐれた炭化珪素複合体及びその製造方法の開発。

【構成】 表面が金属珪素で覆われた炭化珪素が該金属珪素を介して一体に接合している構造を有する炭化珪素／金属珪素複合体。炭化珪素と金属珪素と有機溶媒からなるペースト状混合物を所定形状に成形し、該混合物から有機溶媒を除去して固形状の成形体を形成し、次いでこの成形体を該金属珪素の融点以上で該炭化珪素の融点以下の温度で加熱して該金属珪素を溶融させた後、冷却することを特徴とする炭化珪素／金属珪素複合体の製造方法。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 表面が金属珪素で覆われた炭化珪素が該金属珪素を介して一体に接合している構造を有する炭化珪素/金属珪素複合体。

【請求項2】 該炭化珪素が、微粒状及び/又は微細短繊維状の炭化珪素からなる請求項1の複合体。

【請求項3】 炭化珪素の含有率が5～95重量%である請求項1又は2の複合体。

【請求項4】 該炭化珪素が、珪素集積バイオマスをアルゴン又は窒素雰囲気下で加熱処理して形成されたものである請求項1～3のいずれかの複合体。

【請求項5】 請求項1～4のいずれかの炭化珪素/金属珪素複合体からなる耐熱性触媒構造支持体。

【請求項6】 請求項1～4のいずれかの炭化珪素/金属珪素複合体からなる耐熱性フィルター。

【請求項7】 炭化珪素と金属珪素と有機溶媒からなるペースト状混合物を所定形状に成形し、該混合物から有機溶媒を除去して固形状の成形体を形成し、次いでこの成形体を該金属珪素の融点以上で該炭化珪素の融点以下の温度で加熱して該金属珪素を溶融させた後、冷却することを特徴とする炭化珪素/金属珪素複合体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

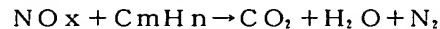
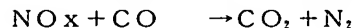
【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、炭化珪素/金属珪素複合体及びその製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術及びその問題点】一般に広く使用されている触媒は、触媒活性成分を微粒子（理想的には分子レベル）で大表面積を有する物質上に分散担持させて使用されている。ここで用いられている大表面積を有する物質が触媒担体である。触媒を実用に供する場合、例えば、触媒に気体や液体状の反応物を接触させるが、触媒表面のみで反応が進行する。気体や液体を反応器中で触媒と密に接触させるために、触媒床として、多くの形状のそろった貫通孔が設けられたモノリス型の形状物や、形状の不揃いな貫通孔のある発泡体上に触媒活性成分を担持したものが使用される。このようなモノリス型物質や発泡体が触媒構造支持体である。この支持体は、触媒活性成分と反応物を効率よく接触させるとともに、反応温度においても化学的、物理的に安定であり、機械的強度も備わっている必要がある。一般に、触媒は低温で高活性を得るための手段として利用されている。しかし、最近、ガソリン車排ガス浄化触媒、ディーゼル車排ガス浄化触媒など高温で動作する触媒の必要性が増してきている。現在、実用化されている触媒の使用最高温度は、ガソリン車排ガス浄化に利用されている三元触媒の850℃である。この触媒は白金、ロジウム、パラジウムを活性アルミナに担持させ、これをコーディエライト製のモノリス型の触媒構造支持体表面にコートし、利用してい

る。この触媒は1000℃以上の温度でアルミナの焼結が生じ、それに伴い表面積の低下が起る。それと同時に触媒活性成分である白金などの凝集が起り、触媒活性が急激に低下する。さらに、触媒構造支持体であるコーディエライトは、1300℃が軟化点であるが、1000℃での長時間の使用には耐えられないことが知られている。近年、経済的に有利なディーゼル燃料の使用が多くなっているが、ガソリン燃料と比べC/N比が大きく、燃焼温度が高温になり、850℃より高い温度に耐える触媒の開発が必要とされる。ディーゼルエンジンの燃焼温度は、ディーゼル燃料のC/Hが高いため高温となる。その結果、空気中のN₂とO₂が反応してサーマルNO_xが生成する。生成するサーマルNO_xを低減するためには、排ガス浄化用触媒を利用することが考えられる。そのためには、空気の量を少なくすると助燃ガスのO₂が少なくなるため不完全燃焼が生じ、排ガス中にCOやCmHn（ハイドロカーボン）が多くなる。これらの還元性ガスを用いて生成したNO_xをN₂へ還元し、同時にCOやCmHnをCO₂やH₂Oに酸化し、排ガスを浄化する。このような触媒は三元触媒といわれ、その反応は次式で表わされる。



触媒には耐熱性の他に熱衝撃性に優れた特性が要求される。即ち、エンジンスタートと同時に温度は急激に上昇し、エンジンストップと同時に急激に温度は低下する。

【0003】ディーゼルエンジンからの排ガスの浄化を行なうために三元触媒を使用する場合、空気量を調節し、排ガス中に適度のCO、CmHnを生成させ、NO_xを還元除去するが、C/H比の高いディーゼル燃料を不完全燃焼させるために未燃の微粒炭素（パティキュレート）が生成する。ディーゼルエンジンでは、CO、CmHn、NO_xを低減化するとパティキュレートが発生するために、触媒表面にパティキュレートが付着し、その結果引き起こされる触媒活性の低下と大気中にパティキュレートが放出されることによる新たな汚染が生じることになる。現在考えられている方策として、排ガス中に含まれるパティキュレートをフィルターで捕捉し、定期的にフィルターを取り外し、フィルター中のパティキュレートを燃焼により除去し、再度フィルターを装着し利用する方法が有望と考えられている。このフィルターも排ガス温度が高温で、さらに、パティキュレートを燃焼により除去する時もパティキュレートが存在する箇所では高温になるため、このフィルターにも耐熱性、耐熱衝撃性が要求される。

【0004】高温で使用される触媒として上述した自動車排ガス浄化触媒の他に燃焼触媒をあげることができ

る。燃焼触媒とは、触媒上で CH_4 や H_2 などの可燃性のガス分子と O_2 を接触させ、酸化反応、即ち、燃焼反応を生じさせる触媒である。燃焼触媒を用いることにより、難燃性ガスをも完全に燃焼させたり、低温でも完全燃焼させることができるため、悪臭成分を完全燃焼することによる脱臭などに利用されている。近年、高温（1500℃以上）で燃焼させた場合、空気中の O_2 、 N_2 が反応し生成する NO_x （サーマル NO_x ）が、大気汚染や酸性雨の一因と考えられ、種々の対策が講じられている。このサーマル NO_x を低減するためには燃焼を1500℃以下の温度で行わせることにより達成できる（1500℃以下では $\text{N}_2 + \text{O}_2 \rightarrow \text{NO}_x$ の反応の平衡定数が小さく、 NO_x の発生量は少ない。）。燃焼により発生する熱を回収し、効率よく利用するためには、1500℃以下でこれに近い温度で燃焼させる必要がある。しかしながら、このような高温で利用できる触媒は開発されていない。前述したように実用触媒のうち最も高温で使用されているのはガソリン車排ガス浄化触媒の850℃である。

【0005】ここで述べてきた自動車排ガス浄化触媒、パティキュレート捕集用フィルター、燃焼触媒は、いずれも高温で酸素を含むガスにさらされるため、耐熱性、耐酸化性が要求される。さらに、燃焼に使用されるため着火、消火により温度が急激に変化するため、耐熱衝撃性も必要である。触媒構造支持体としてコーディエライトが利用されている。このコーディエライトの軟化点は1360℃であるが、1000℃程度の温度で長時間の使用は難しい。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は耐熱性、耐熱衝撃性、耐酸化性に優れた特性を持つ材料及びその製造方法を提供することにある。

【0007】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、前記課題を解決すべく鋭意検討を行った結果、本発明を完成するに至った。即ち、本発明によれば、表面が金属珪素で覆われた炭化珪素が該金属珪素を介して一体に接合している構造を有する炭化珪素/金属珪素複合体が提供される。また、本発明によれば、炭化珪素と金属珪素と有機溶媒からなるペースト状混合物を所定形状に成形し、該混合物から有機溶媒を除去して固形状の成形体を形成し、次いでこの成形体を該金属珪素の融点以上で該炭化珪素の融点以下の温度で加熱して該金属珪素を熔融させた後、冷却することの特徴とする炭化珪素/金属珪素複合体の製造方法が提供される。さらに、前記複合体を材料として用いた耐熱性の触媒構造体及びフィルターが提供される。

【0008】本発明で原料として用いる炭化珪素は、 SiO_2 の如き珪素含有物と炭素を反応させることによって得られる。本発明において用いる炭素珪素は、珪素集

積バイオマスを用いて有利に製造することができる。なお、本明細書で言う珪素集積バイオマスとは、シリカ成分を含有する植物（珪素集積植物）またはその葉、茎などの部分を意味し、具体的には、稲、麦などの籾殻または藁、笹の葉、トウモロコシやとくさの葉あるいは茎などがあげられる。

【0009】この珪素集積バイオマスから炭化珪素を製造するには、先ず、珪素集積バイオマスとして、例えば、籾殻をそのままアルゴンまたは窒素ガス雰囲気中で300～1200℃の温度範囲で加熱処理し、籾殻熱分解物（シリカ（ SiO_2 ）と炭素（C）の混合物）を得る。この場合、炭素は籾殻中のセルロースやリグニンなどの有機物の熱分解反応により生成する。この工程では、籾殻熱分解物を調製するのが目的であるので、加熱処理雰囲気はアルゴンまたは窒素のどちらでも良い。得られた熱分解物は非晶質シリカと非晶質炭素の混合物である。籾殻熱分解物の生成は、上記温度範囲では、 SiO_2 が25～55重量%、Cが40～75重量%、不純物（ K_2O 、 Na_2O 、 CaO 、 Al_2O_3 など）が0～10重量%である。次いで、同じくアルゴン雰囲気中で1300～2000℃、好ましくは1300～1600℃の温度範囲で加熱処理することにより炭化珪素（ SiC ）と炭素（C）の混合物が得られる。反応雰囲気として、アルゴン以外に窒素も使用可能である。籾殻熱分解物中には一般的には SiO_2 とCから SiC が生成する反応（ $\text{SiO}_2 + 3\text{C} \rightarrow \text{SiC} + 2\text{CO}$ ）の化学量論量よりもCは多く含まれ、窒素雰囲気下で加熱しても窒化ケイ素は生成しない。加熱処理時間は、使用する珪素集積バイオマスの種類、加熱温度によって異なるが、0.1～12時間の範囲である。生成した SiC は $\beta\text{-SiC}$ であり、Cは非晶質炭素である。生成物中のCを取り除くために、生成した SiC とCの混合物を空気中において400～800℃、好ましくは、500～700℃の温度で処理することにより、Cを焼失させ、 SiC を得る。この処理温度が高いほど、 SiC の一部は酸化され、 SiO_2 になる。この SiO_2 を取り除くためにフッ化水素（HF）溶液で処理する。しかし、空気中での処理温度が低いと、 SiO_2 の生成量はごくわずかで、このHF処理を省略することができる。

【0010】本発明の炭化珪素/金属珪素複合体（以下、単に複合体とも言う）を製造するには、先ず、炭化珪素と金属珪素を粉砕器を用いて粉砕混合する。粉砕混合原料として用いる炭化珪素及び金属珪素の寸法は特に制約されず、粉体状や塊状であってもよいが、粉砕混合を効率よく行うためには、あらかじめ微粉砕しておくのが好ましい。また、炭化珪素は微細短繊維（ウィスカ）の形で用いるのが好ましい。粉砕器としては、振動ミル、遊星型ボールミル等が用いられる。炭化珪素と金属珪素の使用割合は、炭化珪素：5～95重量%、好ましくは33～50重量%、金属珪素：5～95重量%、

好ましくは50～67重量%である。この粉碎混合によって、平均粒径が0.1～30 μ m、好ましくは0.1～10 μ mの炭化珪素と金属珪素の粉体混合物を得る。

【0011】本発明で用いる好ましい粉体混合物は、粒径が約0.1～1 μ m程度の炭化珪素微粒子と、直径が0.005～0.02 μ m、好ましくは0.01 μ mの範囲にあり、長さが2～3 μ mの炭化珪素ウィスカーからなる炭化珪素凝集体と、平均粒径0.5～2 μ m、好ましくは1 μ mの金属珪素粉体を混合することによって得ることができる。この場合の混合は、凝集体が完全に破壊されないようにするのがよい。このためには、混合機として使用するボールミルの回転数を小さくしたり、ボールミルの材質をナイロン等の柔軟性のものにすればよい。このようにして得られる粉体混合物は、炭化珪素凝集体表面に金属珪素粒子が付着した構造のものであり、ペースト状物にすることが容易である上、高品質の複合体を与える。また、このような混合により、炭化珪素50～95重量%と金属珪素5～50重量%からなる粉体混合物を容易に得ることができる。なお、前記した炭化珪素凝集体は、粉殻をそのまま、あるいは粒径が50～100 μ m程度の粉殻粉末を原料とし、これを前記のようにして処理することにより得ることができる。

【0012】本発明では、次に、前記のようにして得た粉体混合物を有機溶媒中に分散させ、適当な粘度を示すペースト状物とする。有機溶媒としては、易揮発性のものの、例えば、エタノール、メタノール、アセトン等の沸点が100℃以下の有機溶媒の使用が好ましい。このようにして形成したペースト状物は、これを所定形状に成形した後、ペースト状物から有機溶媒を除去して、固形状の成形体とする。成形体の形状は任意であり、ペレット状、球状、筒状、板状、ハニカム状等であることができる。ペースト状物からの有機溶媒の除去は、加熱や真空等の慣用の手段により行うことができる。

【0013】次に、前記のようにして得られた炭化珪素と金属珪素からなる成形体は、これを酸素を含まないアルゴン雰囲気下で金属珪素の融点(1414℃)以上で炭化珪素の融点以下の温度、好ましくは、1414～1500℃の温度で0.1～5時間、好ましくは、0.1～2時間処理した後、冷却することにより炭化珪素/金属珪素複合体を得る。この工程で、温度をできるだけ金属珪素の融点近く、かつ、時間を比較的短く、例えば0.5時間未満処理することにより多孔質状の複合体を製造することができる。特に、細かい金属珪素粒子が炭化珪素凝集体表面に付着した粉体混合物を原料として用いた場合には、孔径の大きい連続孔を持つ複合体が製造できる。本発明の方法により、ペレット、ハニカム、連続孔を持った多孔体の形状のSiC-Si複合体を製造することができる。製造されたSiC-Si複合体は、SiC粒子表面を金属珪素融体の凝固物が覆う(取囲む)とともに、その金属珪素を介してSiC粒子が一

体に接合した構造を有するため、炭化珪素は酸素を含む雰囲気から遮断され、酸化から防止される。金属珪素はすぐれた耐酸化性を有し、一辺が5mmの立方体の形状を持つ金属珪素塊を空气中で1200℃及び1300℃で1時間熱処理すると、その重量変化は、0.08重量%及び1重量%であり、処理を30時間行ってもその重量変化は同じ値である。一方、金属珪素の全てが酸化されると114重量%の重量増を生じる。従って、このことから、金属珪素の薄い表面層でのみ酸化反応が生じていることがわかる。本発明の複合体の場合、金属珪素の融点以上の温度では、金属珪素は熔融し、SiCは空気と接触することになりSiCの酸化は進行する。従って、SiC-Si複合体の酸化物を防止できる上限温度は金属珪素の融点以下である。

【0014】

【発明の効果】本発明によれば、1414℃までの酸化雰囲気下で安定なSiC-Si複合体を容易に製造することができる。本発明のSiC-Si複合体は、耐熱性及び耐酸化性に優れ、しかも、熱衝撃性にもすぐれていることから、高温燃焼触媒構造支持体、ジーゼルエンジン用排ガス浄化触媒構造支持体、ジーゼルエンジンから排出されるパティキュレート捕集用フィルターなどに利用することができる。

【0015】

【実施例】次に本発明を実施例によりさらに詳細に説明する。

実施例1

粉殻20gを内径60mmの石英管に充填し、アルゴン300ml/min、500℃の条件で1時間処理することにより粉殻熱分解物を得た。熱分解物中のSiO₂は38.5重量%、Cは57.7重量%、K₂O、Al₂O₃、CaOなどの不純物は3.8重量%であった。この熱分解物10gをムライト製反応管中に充填し、これをシリコニット発熱体の電気炉に設置した。反応管内をアルゴン100ml/minで流し、1500℃、3時間処理し、SiCとCの混合物を得た。この混合物を700℃、1時間、空気100ml/minのもとで処理し、Cを焼失させた。次に、生成物をHF溶液中で処理し、生成物中のSiO₂を取り除いた。上記の操作により得られた粉殻SiC粉体の表面積は60m²/gで、8.7重量%の酸素が含まれていた。SiC粉体の形状は、0.1～1 μ mのSiC粒子と直径が0.01 μ m、長さ2～3 μ mのカールしたSiCウィスカーが凝集し、粒径50～100 μ mの二次粒子を形成していた。また市販の β -SiC粒子を用いた。市販SiC粉体は、表面積7m²/gで平均粒径0.3 μ m、最大粒径4 μ mの粒子であった。金属珪素粉体としては、平均粒径10 μ m、純度98重量%のものを使用した。次に、SiC粉体及び金属珪素粉体をSiC/Si重量比が1.0、0.67、0.5になるように精秤し、遊星

型ボールミルで15分間粉碎混合した。混合後、適当量のメタノールを添加し、SiC-Si混合粉体ペーストを調製した。このペーストを内径5mmのガラス管に入れ、押し出し、直径5mm、高さ5mmのSiC-Si混合粉体ペレットを調製した。次に、このペレットをアルゴン気流中で1500℃1時間処理し、SiC-Si複合体ペレットを調製した。また、SiC/Si重量比0.5のペーストを内径30mmのガラス管を用いて、直径30mm、高さ20mmのSiC-Si混合粉体ペレットを調製した。このペレット中のメタノールが揮発する前に直径2mmの金属棒でペレットの高さ方向に貫通孔を21個あけ、SiC-Si複合体ペレット製造の場合と同様に熱処理し、SiC-Si複合体ハニカム-

Iを製造した。さらに、垂直に10本の直径3mmのガラス棒が設置してある直径30mmのガラス管からなる型にペーストを流し込み、SiC-Si混合粉体ペレットを調製し、SiC-Si複合体ペレット製造の場合と同様に熱処理し、SiC-Si複合体ハニカム-IIを製造した。以上の各方法により製造したSiC-Si複合体ペレット、ハニカム-I、及びハニカム-IIを空気気流中、1200℃及び1300℃で1~30時間処理し、試料の重量変化を追跡した。その結果を表1及び表2に示した。

【0016】

【表1】

ペレット、ハニカムの SiC/Si重量比	反 応 時 間 (hr)						
	1	2	3	5	10	15	20
ペレット, SiC/Si=1.0	1.9	2.1	2.2	2.5	3.1	3.3	3.3
ペレット, SiC/Si=0.67	0.6	0.6	0.7	0.8	0.9	0.9	0.9
ペレット, SiC/Si=0.5	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
ハニカム-I, SiC/Si=0.5	0.1	0.1	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
ハニカム-II, SiC/Si=0.5	0.1	0.1	0.1	0.2	0.2	0.2	0.2
ペレット, 市販SiC/Si=0.67	3.6	4.3	4.9	5.7	6.8	6.9	6.9
市販SiC/Si=0.5	0.7	0.8	0.9	1.0	1.1	1.1	1.1
粉砕SiC粉体	39.0	—	47.0	48.0	—	—	—

【0017】表1には、1200℃空気気流中で処理したSiC-Si複合体ペレット、ハニカム及び比較のための粉砕SiC粉体の重量変化が示されている。粉砕SiCの酸化による重量増加は1時間の処理で39重量%である。従って、表1より粉砕SiC-Si複合体ではSiCとSiの酸化反応が著しく抑制されていることがわかる。SiC/Si比が小さいほど、酸化反応抑制効果は大きく、ハニカム状のSiC-Si複合体も酸化反応は抑制されている。市販のSiC粉体から製造されたSiC-Si複合体では、粉砕SiC-Si複合体よりも酸化反応による重量増加は大きくなっているが、10

～15時間以上の処理では重量増加は一定値を示し、酸化反応は抑制されている。表2には、空気気流中、1300℃で処理した後のペレット、ハニカムの重量変化を示した。表1に示した1200℃の場合よりはSiC-Si複合体の酸化は進行しているが、SiC/Si重量比0.67以下のSiC-Si複合体ペレット、重量比0.5のSiC-Si複合体ハニカム、重量比0.5の市販SiC-Si複合体ペレットでは、酸化反応は抑制されている。

【0018】

【表2】

ペレット、ハニカム のSiC/Si 重量比	反 応 時 間 (h r)								
	1	2	3	5	10	15	20	25	30
ペレット, SiC/Si=1.0	4.0	4.3	4.6	5.1	6.1	6.4	7.2	7.8	8.5
ペレット, SiC/Si=0.67	1.2	1.3	1.4	1.5	1.7	1.9	2.0	2.1	2.0
ペレット, SiC/Si=0.5	0.4	0.5	0.5	0.6	0.8	0.9	0.9	1.0	0.9
ハニカム-I, SiC/Si=0.5	0.5	0.7	0.7	0.7	0.9	1.0	1.1	1.1	1.1
ハニカム-II, SiC/Si=0.5	0.4	0.7	0.7	0.8	0.9	1.0	1.0	1.0	1.0
ペレット, 市販SiC/Si =0.67	5.5	6.7	7.7	9.3	12.0	12.4	14.1	15.2	16.1
ペレット, 市販SiC/Si =0.5	1.4	1.8	2.0	2.2	2.6	2.8	2.9	2.9	2.9

【0019】実施例2

実施例1で製造した粉殻から $76\mu\text{m}$ 以上の粒径を持つ凝集粒子をふるいわけ、分取した。金属珪素粉体を遊星型ボールミルで15分間粉碎し、粒径を $1\mu\text{m}$ 以下に揃えた。次に、SiC粉体を75重量%、金属珪素粉体を25重量%精秤し、ナイロン製ボールを充填したボールミルで30回転/minで24時間混合し、大きい粒径のSiC凝集粒子の回りに細かい金属珪素粒子が付着している混合粉体を製造した。この混合粉体にメタノールを添加し、ペースト状にした。このペーストを直径30mmの型に入れ、直径30mm、高さ20mmのペレットにした。これを 1420°C 、3時間アルゴン中で処理し、SiC-Si複合体ペレットを製造した。SiC-

Si複合体ペレットをエメリー研磨紙200、400及び600番で、次いで粒径 $1\mu\text{m}$ のアルミナ研磨材で処理して、ペレット断面試料を調製した。ペレット断面の光学顕微鏡観察より連続孔が観察され、また、SiC粒子の回りを金属珪素凝固物を取り囲んでいる複合体が生成していることが確認された。連続孔の径は平均 $15\mu\text{m}$ 程度でフィルターとしても使用できる。このSiC-Si複合体ペレットを 1200°C 及び 1300°C の空気雰囲気下で処理したときのペレットの重量変化を表3に示した。

【0020】

【表3】

処理温度 ($^{\circ}\text{C}$)	反 応 時 間 (h r)								
	1	2	3	5	10	15	20	25	30
1200	0.2	0.3	0.3	0.3	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4
1300	0.6	0.8	1.1	1.2	1.5	1.4	1.5	1.5	1.5

【0021】金属珪素粒子がSiC粒子の回りに付着させた粒子から調製したSiC-Si複合体では、酸化反

応を 1200°C 及び 1300°C で抑制できることは明らかである。

フロントページの続き

(51) Int. Cl. ⁵
C04B 35/56

識別記号 庁内整理番号
101 L 7310-4G

F I

技術表示箇所